

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-342029

(43)Date of publication of application : 11.12.2001

(51)Int.Cl.

C03B 20/00  
H01L 21/208

(21)Application number : 2000-160736

(71)Applicant : MITSUBISHI MATERIAL QUARTZ KK

(22)Date of filing : 30.05.2000

(72)Inventor : FUKUI MASANORI  
SUZUKI KOICHI  
SATO TAKAHIRO

## (54) REMELTED QUARTZ GLASS CRUCIBLE

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a high quality quartz glass crucible which is substantially free from a fine bubble and a foreign matter in an internal surface layer of the crucible.

SOLUTION: The temperature of the external surface of the crucible in which a luminous point occurs in a heated region when the internal surface layer of the crucible is heated at a temperature higher than the red heat temperature but lower than the softening point is held at a temperature lower than the softening point, while the internal surface of the crucible is heated at a temperature higher than the softening point and remelted using an arc discharge flame, thus removing the luminous point.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-342029

(P2001-342029A)

(43) 公開日 平成13年12月11日 (2001. 12. 11)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テーマコード* (参考)
C 0 3 B 20/00		C 0 3 B 20/00	H 4 G 0 1 4
H 0 1 L 21/208		H 0 1 L 21/208	P 5 F 0 5 3

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願2000-160736 (P2000-160736)

(22) 出願日 平成12年 5 月 30 日 (2000. 5. 30)

(71) 出願人 592176044

三菱マテリアルクォーツ株式会社  
東京都千代田区丸の内 1 丁目 5 番 1 号

(72) 発明者 福井 正徳

秋田県秋田市茨島 5 丁目 14 番 3 号 三菱マ  
テリアルクォーツ株式会社開発センター内

(72) 発明者 鈴木 光一

秋田県秋田市茨島 5 丁目 14 番 3 号 三菱マ  
テリアルクォーツ株式会社秋田工場内

(74) 代理人 100081086

弁理士 大家 邦久 (外 1 名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 再溶融石英ガラスルツボ

(57) 【要約】

【課題】 ルツボ内表面層に微細気泡や異物を実質的に含まない高品質の石英ガラスルツボを提供する。

【解決手段】 ルツボ内表面を赤熱温度以上および軟化温度未満に加熱すると加熱領域に輝点が生じる石英ガラスルツボについて、ルツボ外表面を軟化温度より低く維持する一方、ルツボの内表面をアーク炎によって軟化温度以上に加熱して再溶融させ、輝点を除去したことを特徴とする再溶融石英ガラスルツボ。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 ルツボ内表面を赤熱温度以上および軟化温度未満に加熱すると加熱領域に輝点が生じる石英ガラスルツボについて、ルツボ外表面を軟化温度より低く維持する一方、ルツボの内表面をアーク炎によって軟化温度以上に加熱して再溶融させ、輝点を除去したことを特徴とする再溶融石英ガラスルツボ。

【請求項 2】 ルツボ内表面を 800℃～1500℃以下に加熱すると加熱領域に輝点が生じる石英ガラスルツボについて、ルツボ外表面を 1500℃以下に維持する一方、ルツボの内表面をアーク炎によって 1850℃～2400℃に加熱して再溶融させ、輝点を除去した請求項 1 の再溶融石英ガラスルツボ。

【請求項 3】 ルツボ外表面を冷気にさらして外表面の温度を 1400℃以下に維持しつつ、ルツボの内表面を加熱して再溶融させ、輝点を除去した請求項 2 の再溶融石英ガラスルツボ。

【請求項 4】 ルツボ内表面を 800℃～1500℃以下に加熱すると加熱領域に輝点が生じる石英ガラスルツボについて、ルツボ内表面をサンドブラスト処理し、次いで、ルツボ外表面を 1500℃以下に維持する一方、ルツボの内表面をアーク炎によって 1700℃(軟化温度以上)～2400℃に加熱して再溶融させ、輝点を除去した請求項 1、2 または 3 の再溶融石英ガラスルツボ。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、内表面に凹凸や汚れがなく、かつ内表面層に微細気泡や異物を実質的に含有しない高品質の石英ガラスルツボに関する。本発明の石英ガラスルツボはシリコン単結晶引き上げ用のルツボとして好適である。

## 【0002】

【従来の技術】 シリコン融液からシリコン単結晶を引き上げるシリコン単結晶の製造方法において、シリコン融液を入れた石英ガラスルツボはシリコンの融点以上に加熱されており、シリコン融液に接するルツボ内表面層に気泡や異物が含まれていたり、あるいは内表面に凹凸があったり汚れが付着していると、これがシリコン融液と反応してクリストバライト等の局所的な結晶を生じ、引き上げられるシリコンの単結晶化率を低下させる原因の一つになる。従って、石英ルツボの内側層は可能な限り表面が滑らかで汚れがなく、内表面層に気泡や異物を含まない透明層として形成されている。

【0003】 しかし、従来の石英ガラスルツボは、内側透明層全体(約 0.5～3.5mm 厚)の気泡量は少なくとも、内表面に接する極く薄い表面層(内表面層：内表面から約 0.5mm 厚)に肉眼では識別し難い微細気泡が多数含まれている場合がある。回転モールド法によって石英ガラスルツボを製造した場合、内表面層は最初に石英粉

が溶融して溶融層の被膜となる部分であるために、この部分に微細気泡が取り込まれると石英溶融層を減圧しても微細気泡を外部に吸引して除去することが難しく、この部分に微細気泡が残留しやすいと云う問題がある。

【0004】 この内表面層に含まれる気泡は透明な微細気泡であるために肉眼で見出すことが難しい。顕微鏡を用いれば検出できるが、通常の顕微鏡による検出方法では試料を切り出す必要があり、出荷製品の検査には適しない。また、顕微鏡の画像をモニターで観察する検査方法によれば観察試料を切り出す必要はないが、視野が限定されるためにルツボ全体を観察するのに適さない。また、この方法はルツボ内表面の汚れや凹凸を観察するのが難しく、気泡や異物などを検出してもこれを直ちに除去できない。さらに、システムの構成に費用が嵩むなどの問題がある。

## 【0005】

【発明の解決課題】 本発明は従来の石英ガラスルツボにおける上記問題を解決したものであり、石英ガラスルツボについて、その内表面層に含まれる微細気泡や異物、または内表面の凹凸や内表面に付着した汚染物質を容易に検出して除去した高品質の石英ガラスルツボを提供するものである。

## 【0006】

【課題を解決する手段】 すなわち、本発明は、(1) ルツボ内表面を赤熱温度以上および軟化温度未満に加熱すると加熱領域に輝点が生じる石英ガラスルツボについて、ルツボ外表面を軟化温度より低く維持する一方、ルツボの内表面をアーク炎によって軟化温度以上に加熱して再溶融させ、輝点を除去したことを特徴とする再溶融石英ガラスルツボに関する。

【0007】 本発明の石英ガラスルツボの具体的な例は、(2) ルツボ内表面を 800℃～1500℃以下に加熱すると加熱領域に輝点が生じる石英ガラスルツボについて、ルツボ外表面を 1500℃以下に維持する一方、ルツボの内表面をアーク炎によって 1850℃～2400℃に加熱して再溶融させ、輝点を除去した再溶融石英ガラスルツボである。

【0008】 本発明の上記石英ガラスルツボは、(3) ルツボ外表面を冷気にさらして外表面の温度を 1400℃以下に維持しつつ、ルツボの内表面を加熱して再溶融させ、輝点を除去した再溶融石英ガラスルツボ、(4) ルツボ内表面を 800℃～1500℃以下に加熱すると加熱領域に輝点が生じる石英ガラスルツボについて、ルツボ内表面をサンドブラスト処理し、次いで、ルツボ外表面を 1500℃以下に維持する一方、ルツボの内表面をアーク炎によって 1700℃(軟化温度以上)～2400℃に加熱して再溶融させ、輝点を除去した再溶融石英ガラスルツボを含む。

【0009】 本発明の石英ガラスルツボは、石英ガラスルツボの内表面を一定温度に加熱して内表面に浮かび上

がる輝点を観察すると云う極めて簡単な非破壊検査方法によってルツボ内表面の凹凸や汚れ、あるいは内表面層に含まれる微細気泡や異物を検出し、アーク炎によって内表面層を再溶融することによって、これらを除去した高品質のルツボである。この微細気泡や異物は検出後の再溶融ないしサンドブラスト処理によって容易に除去されるので、高品質の石英ガラスルツボを低コストで得ることができる。また、この石英ガラスルツボは内表面の凹凸や汚れがなく、また内表面層に微細気泡や異物を実質的に含まないので、シリコン単結品の引き上げに用い

#### 【0010】

【発明の実施の形態】以下、本発明を実施形態に基づいて詳細に説明する。本発明の石英ガラスルツボは、ルツボ内表面を赤熱温度以上および軟化温度未満に加熱すると加熱領域に輝点が生じる石英ガラスルツボについて、ルツボ外表面を軟化温度より低く維持する一方、ルツボの内表面をアーク炎によって軟化温度以上に加熱して再溶融させ、輝点を除去したことを特徴とする再溶融石英ガラスルツボである。

【0011】再溶融に用いる石英ガラスルツボの製造方法は限定されない。回転モールド法や他の方法によって製造された石英ガラスルツボを広く用いることができる。加熱手段はアーク炎を用いることができる。アーク炎は酸水素バーナなどの加熱手段よりもルツボ内表面を比較的広く加熱することができるので効率が良い。

【0012】輝点観察時の石英ガラスルツボ内表面の加熱温度は、石英ガラスの赤熱温度以上および軟化温度(軟化点)未満である。赤熱温度とは石英ガラスルツボの加熱部分が赤色を呈し始める温度を云い、概ね800℃である。加熱部分が赤熱しないと微細気泡や異物による輝点が観察されない。一方、加熱温度が石英ガラスの軟化温度(約1700℃)を超えるとルツボが変形して凹凸を生じるので好ましくない。輝点を明瞭に判別するには1500℃以下が適当であり、1400℃以下が好ましい。1500℃を超えるとルツボ表面の輝点とその周囲が同じ明るさになるので輝点を判別し難くなる。表面温度は赤外線温度計などによって測定すると良い。

【0013】ルツボ内表面を石英ガラスの赤熱温度以上および軟化温度未満、好ましくは800℃～1500℃に加熱すると、ルツボの内表面層に微細気泡が含まれているものや、ルツボ内表面に凹凸が存在しているものは、この部分の屈折率が周囲と異なるために光が反射して周囲より明るい輝点として観察される。また、ルツボ内表面層に異物が含まれていたり、内表面に汚染物質が付着していると、石英ガラスより放射率が高いものは周囲よりも明るく光って観察される。従って、この輝点によって内表面の凹凸や汚れ、あるいは内表面層に含まれる微細気泡や異物の存在を判断することができる。なお、大部分の異物や汚染物質の放射率は石英ガラスより

大きいので輝点として観察されるものが多い。

【0014】次に、加熱領域に輝点が生じたものについて、ルツボ外表面の温度を軟化温度未満に維持する一方、アーク炎を用いてルツボの内表面層を軟化温度以上に加熱し、再溶融させて輝点を除去する。ルツボ外表面の温度がその軟化温度より高い状態で内表面層を再溶融するとルツボが変形する虞がある。具体的には、ルツボ外表面を例えば1500℃以下、好ましくは1400℃以下に維持し、ルツボ内表面を1850℃～2400℃、好ましくは2000℃～2350℃に加熱して再溶融させる。ルツボ外表面と内表面の温度を以上の範囲に制御することにより、ルツボの内表面層を再溶融してもルツボが変形しない。

【0015】このような温度に制御するには、ルツボ内表面の加熱を急速に行い、外表面が高温になる前に内表面の温度を高くするのが好ましい。具体的には、加熱開始後約1分程度で、内表面温度を2000℃以上に高め、加熱後3分以内に再溶融を終えると良い。

【0016】なお、再溶融の際、モールドを使用せずにルツボ外表面を冷気にさらしてルツボの放熱を促せば、ルツボ外表面の温度を1500℃以下、好ましくは1400℃以下に抑制することができる。

【0017】ルツボの内表面層を再溶融することにより、この部分に含まれている微細気泡は内表面に押し出されて弾け、そのピンホールが溶融した石英ガラスによって充填され、実質的に気泡を含有しない石英ガラス層になる。また表面の凹凸は消滅して平滑になり、異物は揮発して除去される。

【0018】アーク炎によってルツボ内表面を1850℃～2400℃に加熱して再溶融するには、アーク炎の熱量を150～2500W/cm<sup>2</sup>、好ましくは、400～2200W/cm<sup>2</sup>とすれば良い。

【0019】加熱試験によって輝点が生じたものについて、内表面層の再溶融に先立ち、ルツボ内表面をサンドブラスト処理することにより再溶融処理の負担を軽減することができる。サンドブラスト処理を行うことにより、微細気泡や異物を含有する部分が削り落とされるので再溶融時間を短縮することができる。サンドブラスト処理は例えば、2～7kg/cm<sup>2</sup>の高圧空気でシリカ粒子を吹き付けて行う。

【0020】輝点が観察された石英ガラスルツボについて以上の再溶融処理を施すことによって輝点を除去し、実質的に輝点を含まない石英ガラスルツボを得る。なお、輝点の個数が10個/cm<sup>2</sup>以下、好ましくは3個/cm<sup>2</sup>以下であれば、失透テストにおいて、ルツボの失透面積を抑えることができ、高い平均単結晶化率を達成することができる。具体的には、輝点の個数が10個/cm<sup>2</sup>以下のルツボは、アルゴン雰囲気5～20Torr、加熱温度1500±50℃、20～50hrの加熱条件下において、内表面の失透面積を面積率で概ね30%以下に抑えるこ

とができ、このルツボを用いてシリコン単結晶を引き上げたときに平均で70%程度の単結晶化率を得ることができる。また、輝点の個数が3個/cm<sup>2</sup>以下のルツボは実質的に内表面の失透を生ぜず、平均で77%程度の高い単結晶化率を得ることができる。なお、本発明においてルツボ内表面に凹凸や汚れがなく、内表面層に微細気泡や異物が実質的に含まれていないとは輝点の個数が好ましくは3個/cm<sup>2</sup>以下であることを云う。また、本発明の再溶融加熱はルツボ内表面の全体に適用しても良く、また輝点が存在する部分について局部的に適用しても良

【0021】

【実施例】回転モールド法によって口径22インチの石英ガラスルツボ(内側透明層:2mm、外周側不透明層:10mm)

		No.1	No.2	No.3	No.4	No.5	No.6
輝点数(溶融前)		18	14	12	16	14	17
再溶融	再溶融手段	アーク	アーク	アーク	アーク	アーク	無処理
	内表面最高温度(℃)	2380	2150	1870	1630	2420	
	加熱源瞬間エネルギー	2260	1040	180	80	2660	
	外表面最高温度(℃)	1450	1370	1240	1070	1590	
	輝点数	0	0	7	16	0	
	変形	無し	無し	無し	無し	変形	
失透テスト:失透面積(%)		0	0	30	100	0	100
単結引上:単結晶化率		77	77	72	35	—	33
総合評価		◎	◎	○	×	×	×

(注) 加熱源循環エネルギーの単位:(W/cm<sup>2</sup>)、輝点数の単位:(個/cm<sup>2</sup>)

内表面最高温度、外表面最高温度はそれぞれルツボ内表面または外表面の最高温度

No.1.~No.3は実施例、No.4~No.6は比較例

◎は非常に良好、○は良好、×は不可を示す。

【0023】

【発明の効果】本発明の石英ガラスルツボは、ルツボ内表面を一定温度に加熱して輝点を検出し、さらにルツボ内表面を軟化温度以上に加熱して内表面層に含まれる微

m)を複数個製造した。この石英ガラスルツボについて、石英バーナを用い、その内表面を酸水素炎によって約1100℃に加熱して輝点の個数を検査した。次いで、アーク炎を用い表1の条件下でルツボ内表面層を再溶融した。この再溶融したルツボについて形状に変化がないか検査した。さらに、この再溶融ルツボを電気加熱炉に入れ、20Torrのアルゴン雰囲気下、1500℃の一定温度で24時間加熱することにより失透試験を行った。また、他の再溶融したルツボを用いてシリコン単結晶の引き上げを行い、単結晶化率を求めた。この結果を表1に示した。

【0022】

【表1】

細気泡や異物を除去したルツボであり、内表面層に微細気泡や異物を実質的に含まないので、シリコン単結晶引き上げの際に高い単結晶収率を得ることができる。

フロントページの続き

(72)発明者 佐藤 貴宏

秋田県秋田市茨島5丁目14番3号 三菱マテリアルクォーツ株式会社開発センター内

Fターム(参考) 4G014 AH23

5F053 AA12 BB04 BB13 FF04 RR04

RR07